SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 2885:2018

Parakuat diklorida teknis

ICS 65.100.20

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 2885:2018, *Parakuat diklorida teknis* ini merupakan revisi SNI 06-2885-1992, *Larutan parakuat diklorida teknis*. Parameter yang direvisi dari SNI tersebut yaitu syarat mutu dan cara uji.

Tujuan revisi SNI ini adalah:
- memberikan perlindungan pada konsumen, produsen dan lingkungan;
- meningkatkan produktivitas dan daya saing;
- mendukung pengembangan industri agrokimia, khususnya herbisida;
- memberikan jaminan mutu produk herbisida.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 65-06, Produk Agrokimia. Standar ini telah dibahas melalui rapat Komite Teknis 65-06, Produk Agrokimia pada tanggal 31 Mei 2016, tanggal 21 Agustus 2017, dan terakhir dibahas dalam Rapat Konsensus pada tanggal 28 September 2017 di Jakarta. Hadir dalam Rapat Konsensus adalah wakil dari konsumen, produsen, perguruan tinggi, lembaga penelitian dan instansi pemerintah terkait.

SNI ini juga telah melalui tahap Jajak Pendapat pada tanggal 7 Desember 2017 sampai dengan 7 Februari 2018 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Parakuat diklorida teknis

1 Ruang Lingkup

Standar ini menetapkan persyaratan mutu dan cara uji parakuat diklorida teknis yang digunakan sebagai bahan baku pembuatan formulasi herbisida berbahan aktif parakuat diklorida untuk pengendalian gulma.

2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penerapan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal hanya edisi yang disebutkan berlaku. Untuk acuan tidak bertanggal, berlaku edisi terakhir dari dokumen acuan tersebut (termasuk seluruh perubahan/amandemennya).

SNI 0429, Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.

3 Istilah dan definisi

3.1
parakuat diklorida teknis
cairan berwarna cokelat sampai cokelat-kehijauan dengan nama kimia 1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinium diklorida, rumus molekul $C_{12}H_{14}Cl_2N_2$ (diklorida); $C_{12}H_{14}N_2^{2+}$ (dikation), nomor CAS 1910-42-5 (diklorida); 4685-14-7 (dikation) digunakan sebagai bahan aktif herbisida. Parakuat diklorida teknis mengandung bahan ikutan seperti pengotor (*impurities*), bahan pemuntah/emetik

3.2
emetik
tepung halus berwarna putih kekuning-kuningan dengan nama kimia 2-amino-4,5-dihidro-6-metil-4-propil-s-triazol-(1,5a)pirimidin-5-on, rumus molekul $C_9H_{13}N_5O$, nomor CAS 27277-00-5, larut dalam air, digunakan sebagai bahan pengaman, berfungsi untuk merangsang pemuntahan apabila parakuat diklorida tertelan

4 Syarat mutu

Tabel 1 - Syarat mutu parakuat diklorida teknis

No.	Parameter uji	Satuan	Persyaratan
1.	Parakuat diklorida	fraksi massa, %	min. 42
2.	pH		2,0 – 6,0
3.	4,4’- bipiridil	mg/kg	maks. 1000
4.	Terpiridin	mg/kg	maks. 1,0
5.	Emetik (2-amino-4,5-dihidro-6-metil-4-propil-s-triazole-(1,5a) pirimidin-5-on	g/l	min. 0,8

5 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0429.

6 Cara uji

6.1 Kadar parakuat diklorida

6.1.1 Prinsip

Membandingkan absorbansi larutan contoh parakuat diklorida terhadap larutan standar parakuat diklorida yang telah diketahui konsentrasinya pada panjang gelombang 600 nm.

6.1.2 Pereaksi

a) standar parakuat diklorida yang diketahui kemurniannya;
b) larutan natrium ditionit 1 %;
c) larutan NaOH 0,1 M;.
d) akuades.

6.1.3 Peralatan

a) neraca analitik, ketelitian 0,1 mg;
b) spektrofotometer, UV-Vis;
c) labu ukur 100 ml, 250 ml, 500 ml;
d) buret 25 ml;
e) pipet gondok 10 ml;
f) pipet ukur 25 ml;
g) botol timbang;
h) lemari pengering.

6.1.4 Cara kerja

6.1.4.1 Penyiapan larutan standar parakuat diklorida (0,25 mg/ml parakuat diklorida)

a) Keringkan 1 g parakuat diklorida, masukkan ke dalam lemari pengering pada suhu (100 - 120) °C , dinginkan dalam desikator, timbang sampai bobot tetap;
b) timbang teliti 0,1728 g parakuat diklorida yang telah dikeringkan;
c) masukkan ke dalam labu ukur 500 ml, larutkan dengan akuades dan tepatkan hingga tanda tera.

6.1.4.2 Penyiapan larutan natrium ditionit 1 %

a) Timbang teliti 1 g natrium ditionit;
b) masukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan tambahkan larutan NaOH 0,1 M, dan tepatkan hingga tanda tera. Larutan ini harus baru, hanya dapat disimpan dalam waktu tidak lebih dari 3 jam. Larutan disimpan dalam botol yang tertutup rapat.

6.1.4.3 Penyiapan larutan contoh parakuat diklorida

a) Timbang teliti sejumlah contoh parakuat diklorida (w) yang disesuaikan kadar bahan aktif standar parakuat diklorida. Masukkan ke dalam labu ukur 250 ml, larutkan dengan akuades dan tepatkan hingga tanda tera (larutan A);

b) pipet 10 ml larutan A, masukkan ke dalam labu ukur 250 ml encerkan dengan akuades dan tepatkan hingga tanda tera (larutan B);
c) pipet 10 ml larutan B, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 10 ml larutan natrium ditionit 1 %, tepatkan dengan akuades hingga tanda tera (larutan C);
d) bolak-balikkan labu ukur tersebut sebanyak 3 kali secara perlahan tanpa pengocokan.

6.1.4.4 Penyiapan deret larutan standar parakuat diklorida untuk kurva kalibrasi

a) Ambil masing-masing 9,0 ml; 10,0 ml; 11,0 ml; 12,0 ml; 13,0 ml larutan standar parakuat diklorida dengan menggunakan buret 25 ml, masukkan berturut-turut ke dalam 5 labu ukur 100 ml;
b) tambahkan masing-masing 10 ml larutan natrium ditionit 1 %, dan tepatkan dengan akuades hingga tanda tera;
c) semua labu ukur bolak-balikkan sebanyak 3 kali secara perlahan tanpa pengocokan.

6.1.4.5 Penyiapan larutan blanko

Masukkan 10 ml larutan natrium ditionit 1 % ke dalam labu ukur 100 ml, tepatkan dengan akuades hingga tanda tera. Bolak-balikkan labu ukur tersebut sebanyak 3 kali secara perlahan tanpa pengocokan.

6.1.4.6 Pengukuran contoh

a) Masukkan larutan blanko, larutan standar, dan larutan contoh ke dalam kuvet;
b) ukur absorbansi dari larutan blanko, larutan standar dan larutan contoh pada panjang gelombang 600 nm;
c) buat kurva kalibrasi antara absorbansi dan konsentrasi larutan;
d) parakuat dalam larutan contoh diperoleh dari kurva kalibrasi (a).

6.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar parakuat diklorida, (fraksi massa, \%)} = \frac{250 \times 250 \times a}{w} \times 100\ \% \qquad (1)$$

Keterangan:
a adalah parakuat dalam larutan contoh yang diperoleh dari kurva kalibrasi,mg;
w adalah berat contoh, mg;
250 adalah faktor pengenceran.

6.2 pH

6.2.1 Prinsip

Penetapan pH menggunakan pH meter

6.2.2 Peralatan

a) pH meter
b) gelas piala 100 ml

6.2.3. Pereaksi

a) larutan buffer pH 4,0
b) larutan buffer pH 7,0

6.2.4 Cara kerja

a) Kalibrasi pH meter menggunakan larutan buffer pH 4,0 dan pH 7,0;
b) tuangkan secukupnya larutan contoh parakuat diklorida ke dalam gelas piala sampai elektroda pH Meter terendam secara sempurna dengan elektroda tidak menyentuh gelas piala;
c) ukur pH larutan dengan pH meter yang sudah dikalibrasi;
d) catat nilai pH.

6.3 4,4'-bipiridil

6.3.1 Prinsip:

4,4'-bipiridil diekstrak dengan kloroform, kemudian ekstrak ditetapkan secara kromatografi gas dengan kolom kapiler dan detektor FID.

6.3.2. Pereaksi

a) Kloroform GR;
b) Metanol GR;
c) standar 4,4'-bipiridil yang diketahui kemurniannya;
d) larutan NaOH 1M;
e) Natrium sulfat kering;
f) gas Nitrogen (N_2) HP;
g) gas Hidrogen (H_2) HP;
h) gas Oksigen (O_2).

6.3.3. Peralatan

a) alat kromatografi gas dengan kondisi
   detektor : FID
   kolom : DB-1 atau yang setara, panjang 30 m, diameter 0,25 mm, 0.25 μm atau sejenis
   suhu kolom : 170 °C
   suhu detektor : 300 °C
   suhu injektor : 300 °C
   laju aliran gas : N_2 : 40 ml/menit; H_2 : 47 ml/menit; O_2 : 400 ml/menit;
b) corong pemisah 100 ml;
c) *rotary evaporator;*
d) tabung reaksi 10 ml berskala;
e) labu bulat 100 ml;
f) labu ukur 25 ml;
g) pipet gondok 10 ml, 20 ml;
h) karet penghisap (*rubber bulb*).

6.3.4. Cara kerja

6.3.4.1 Penyiapan larutan standar

Timbang teliti 25 mg standar 4,4'-bipiridil, masukkan ke dalam labu ukur 25 ml, larutkan dengan metanol hingga tanda tera (konsentrasi 1 mg/ml = 1000 mg/l).

6.3.4.2 Penyiapan deret larutan standar kalibrasi

Pipet sejumlah larutan standar 4,4'-bipiridil untuk membuat larutan standar dengan 6 konsentrasi yang bertingkat 10 mg/l (10 ng/µl), 25 mg/l (25 ng/µl), 50 mg/l(50 ng/µl), 100 mg/l (100 ng/µl), 200 mg/l (200 ng/µl) dan 400 mg/l (400 ng/µl) dengan pelarut metanol.

6.3.4.3 Penyiapan larutan contoh

a) Timbang teliti 2 g contoh, tambahkan 2 ml larutan NaOH 1 M;
b) masukkan contoh tersebut ke dalam corong pemisah 100 ml, tambahkan 20 ml kloroform, ekstraksi selama 2 menit dan biarkan beberapa menit sampai terjadi pemisahan secara sempurna;
c) alirkan lapisan kloroform (bagian bawah) melalui corong pemisah yang berisi 2 g natrium sulfat kering, dan tampung lapisan kloroform dalam labu bulat 100 ml;
d) ulangi ekstraksi dua kali dengan masing-masing 20 ml kloroform dengan cara yang sama seperti pada 6.3.4.3.b) dan 6.3.4.3.c);
e) gabungkan semua ekstrak kloroform 6.3.4.3.b), 6.3.4.3.d) dalam labu bulat;
f) uapkan ekstrak kloroform hingga hampir kering dengan menggunakan *rotary evaporator;*
g) larutkan hasil ekstrak dengan 10 ml metanol.

6.3.4.4 Pengukuran

a) Atur kondisi alat kromatografi gas (GC) sampai tercapai kondisi yang optimal dengan dasar kromatogram stabil dan lurus;
b) suntikkan 1µl masing-masing larutan standar 4,4'-bipiridil dan larutan contoh ke dalam alat kromatografi gas;
c) ukur puncak kromatrogram;
d) lakukan secara duplo.

6.3.5 Perhitungan

$$\text{Kadar 4,4'-bipiridil, (mg/kg)} = \frac{c \times Vist \times (Vac/Vic)}{w} \qquad (2)$$

Keterangan:

c adalah konsentrasi 4,4'-bipiridil dalam contoh berdasarkan kurva deret standar mg/l (ng/µl);
V*ist* adalah volume standar yang disuntikkan (µl);
V*ac* adalah volume akhir contoh (µl);
V*ic* adalah volume contoh yang disuntikkan (µl);
w adalah berat contoh (mg).

6.4 Terpiridin

6.4.1 Prinsip

Terpiridin diekstrak menggunakan etil asetat, kemudian ekstrak ditetapkan secara kromatografi gas dengan kolom kapiler dan detektor FID.

6.4.2 Pereaksi

a) standar terpiridin yang diketahui kemurniannya;
b) etil asetat GR;
c) larutan NaOH 1 M;
d) gas Nitrogen (N_2) HP;
e) gas Hidrogen (H_2) HP;

f) gas Oksigen (O_2).

6.4.3 Peralatan

a) alat kromatografi gas dengan kondisi:

detektor	: FID
kolom	: DB-1 atau yang setara, panjang 30 m, diameter 0,25 mm, 0.25 μm atau sejenis
suhu kolom	: 190 °C
suhu detektor	: 300 °C
injektor	: 300 °C
laju aliran gas	: N_2 : 40 ml/menit; H_2 : 47 ml/menit; O_2 : 400 ml/menit;

b) neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
c) labu ukur 25 ml;
d) pipet ukur 10 ml;
e) *centrifuge* dan tabung *centrifuge;*
f) tabung reaksi 10 ml berskala.

6.4.4 Cara kerja

6.4.4.1 Penyiapan larutan standar terpiridin

Timbang teliti 25 mg standar terpiridin, masukkan ke dalam labu ukur 25 ml, larutkan dengan etil asetat hingga tanda tera.

6.4.4.2 Penyiapan deret larutan standar kalibrasi

Pipet sejumlah larutan standar terpiridin untuk membuat larutan standar dengan 6 konsentrasi yang bertingkat yaitu 0,5 mg/l (0,5 ng/µl); 0,75 mg/l (0,75 ng/µl); 1,0 mg/l (1,0 ng/µl); 1,25 mg/l (1,25 ng/µl); 1,5 mg/l (1,5 ng/µl); 1,75 mg/l (1,75 ng/µl); dengan pelarut etil asetat.

6.4.4.3 Penyiapan larutan contoh

a) Timbang teliti 2 g contoh (w), masukkan ke dalam tabung *centrifuge*, tambahkan 2 ml larutan NaOH 1 M, homogenkan;
b) tambahkan 6 ml etil asetat dan ultrasonik selama 1 jam;
c) putar dengan *centrifuge* selama 10 menit dengan kecepatan 500 rpm;
d) ambil lapisan etil asetat, pisahkan ke dalam tabung reaksi berskala dan tutup;
e) ulangi ekstraksi dua kali dengan masing-masing 2 ml etil asetat, kerjakan seperti 6.4.4.3.b) sampai dengan 6.4.4.3.d);
f) gabungkan semua ekstrak 6.4.4.3.d) dan 6.4.4.3.e) ke dalam tabung reaksi;
g) pekatkan ekstrak etil asetat di atas air hangat 50 °C dengan mengalirkan gas nitrogen dengan laju alir rendah sampai volume ekstrak etil asetat menjadi 1,0 ml.

6.4.4.4 Pengukuran

a) Atur kondisi alat kromatografi gas sampai tercapai kondisi optimal dengan garis dasar kromatogram stabil dan lurus;
b) suntikkan masing-masing 1 µl larutan standar terpiridin dan ekstrak contoh dalam alat kromatografi gas.

6.4.5. Perhitungan

$$\text{Kadar terpiridin (mg/kg)} = \frac{c \times Vist \times (Vac/Vic)}{w} \quad (3)$$

Keterangan:

c adalah konsentrasi terpiridin dalam contoh berdasarkan kurva deret standar, mg/l (ng/ µl);
V*ist* adalah volume standar yang disuntikkan (µl);
V*ac* adalah volume akhir contoh (µl);
V*ic* adalah volume contoh yang disuntikkan (µl);
w adalah berat contoh (mg).

6.5 Emetik

6.5.1 Prinsip

Emetik dalam kondisi basa dipartisikan ke dalam diklorometan, kemudian ditetapkan secara kromatografi gas menggunakan kolom kapiler dan detektor FID.

6.5.2 Pereaksi

a) Diklorometan GR;
b) n-oktadekan yang diketahui kemurniannya;
- Timbang teliti 50 mg n-oktadekana, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan tambahkan 80 ml diklorometan. Kocok sampai larut;
- tambahkan diklorometan sampai tanda tera dan campur dengan baik, akan menghasilkan larutan standar internal dengan konsentrasi 0,5 mg/ml.

c) larutan NaOH 1M;
d) standar emetik;
- Timbang teliti 10 mg standar emetik, masukkan ke dalam labu ukur 25 ml dan tambahkan 5,0 ml larutan internal standar, kocok untuk melarutkan;
- Tambahkan diklorometan sampai tanda tera dan homogenkan, menghasilkan larutan yang mengandung emetik 0,4 mg/ml (larutan standar A).

6.5.3 Peralatan

a) alat kromatografi gas dengan kondisi:
detektor : FID
kolom : DB-1 atau yang setara, panjang 30 m, diameter 0,25 mm, 0.25 μm atau sejenis
suhu kolom : 210 °C
suhu detektor : 300 °C
injektor : 300 °C
laju aliran gas : N_2 : 40 ml/menit; H_2 : 47 ml/menit; O_2 : 400 ml/menit
b) neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
c) labu ukur 25 ml, 100 ml;
d) pipet gondok 5 ml;
e) corong pemisah 100 ml.

6.5.4 Ekstraksi contoh

a) Timbang teliti 2 g contoh, masukkan ke dalam corong pemisah 100 ml;
b) tambahkan masing-masing 0,5 ml larutan natrium hidroksida 1 M dan kocok dengan hati-hati

c) tambahkan 2,0 ml larutan standar internal n-oktadekan, ekstraksi dengan hati-hati, diamkan beberapa menit sampai terjadi pemisahan secara sempurna;
d) alirkan lapisan diklorometan (bagian bawah) melalui corong pemisah, tampung dalam tabung reaksi;
e) tambahkan 2,0 ml diklorometan ke dalam corong pemisah dan kocok dengan baik;
f) biarkan corong pemisah sampai diperoleh 2 lapisan yang terpisah sempurna;
g) gabungkan lapisan paling bawah dengan hasil ektraksi pertama dalam tabung reaksi dan tahan lapisan berair dalam corong pemisah;
h) ulangi ektraksi dengan 2,0 ml diklorometan, gabung dari ketiga hasil ektraksi ke dalam gelas vial dan tambahkan 5,0 ml diklorometan ke dalam gelas (larutan contoh B).

6.5.5 Pengukuran

a) Suntikkan larutan standar A ke alat kromatografi gas. Tunggu beberapa menit setelah keluar kromatogram, kemudian suntikkan larutan standar A sekali lagi;
b) Suntikkan secara bergantian antara larutan standar A dan larutan contoh B, ukur luas puncak kromatogram.

6.5.6. Perhitungan

Hitung faktor respon relatif, RF untuk masing-masing suntikkan dari larutan standar A sebagai berikut;

$$RF = \frac{A_{se} \text{ x } w_{si} \text{ x } 100}{P \text{ x } A_{si} \text{ x } w_{se}} \quad (4)$$

Keterangan:

w_{se} adalah berat standar emetik (mg);
w_{si} adalah berat larutan internal standar yang ditambahkan (mg);
A_{se} adalah luas area dari kromatogram emetik;
A_{si} adalah luas area dari kromatogram oktadekan internal standar;
P adalah persentase berat kemurnian standar emetik.

Hitung kadar emetik untuk tiap larutan contoh B sebagai berikut:

$$\text{Kadar emetik (g/l)} = \frac{A_{ce} \text{ x } w_{ci} \text{ x } 100 \text{ x } d \text{ x } 10}{A_{ci} \text{ x } w_{ce} \text{ x } RF} \quad (5)$$

Keterangan:

w_{ce} adalah berat contoh (mg);
w_{ci} adalah berat larutan internal standar yang ditambahkan (mg);
A_{ce} adalah luas area dari kromatogram emetik;
A_{ci} adalah luas area dari kromatogram oktadekan;
RF adalah faktor respon relatif untuk emetik yang didapatkan dari larutan standar A;
d adalah densitas (g/ml).

7 Syarat lulus uji

Parakuat diklorida teknis dinyatakan lulus uji apabila telah memenuhi syarat mutu pasal 4 dan cara uji pasal 6.

8 Pengemasan

Parakuat diklorida teknis dikemas dalam wadah yang kedap udara, tidak bereaksi dengan isi, aman selama penyimpanan dan transportasi.

9 Penandaan

Pada kemasan harus dicantumkan sekurang-kurangnya :

a) Nama produk;
b) Kadar parakuat diklorida (%);
c) Berat bersih (kg);
d) Kode produksi;
e) Simbol bahaya (piktogram);
f) Nama dan alamat produsen/importir.

Bibliografi

[1] CIPAC Hand Book, Volume 1A, Analysis of Technical and Formulated Pesticides 1980

[2] CIPAC Hand Book, Volume E, Analysis of Technical and Formulated Pesticides, 1993

[3] Syngenta Methodes AMP 10115-01B, The Determination of PP 796 Emetic in Paraquat

[4] The Pesticide Manual, British Crop Protection Council, Twelfth Edition, 2000

[5] FAO Specifications and Evaluations for Agricultural Pesticides, Paraquat Dichloride, 2003

[6] Technical Material by Capillary Gas Chromatography, 2003

[7] Official Methods of Analysis of AOAC International, 19 thEdition, 2012

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komite Teknis perumus SNI

Komite Teknis 65-06 Produk Agrokimia

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis perumus SNI

Ketua	: Herry Hadisanjoto
Wakil Ketua	: Muhammad Khayam
Sekretaris	: Tri Ligayanti
Anggota	: Guntur Prasetyo
	Mulyadi Benteng
	Agung Kurniawan
	Retno Yunilawati
	Sularsi
	Hens Saputra
	Ali Nurdin
	Setiadi

[3] Konseptor rancangan SNI

Mulyadi Benteng

[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI

Direktorat Industri Kimia Hulu
Direktorat Jenderal Industri Kimia, Tekstil dan Aneka
Kementerian Perindustrian